



# Anisotropie structurale induite par l'étirage à chaud d'une préforme en silice pure - Etude par dynamique moléculaire et par spectrométrie Raman

Xavier Bidault, Stéphane Chaussedent, Wilfried Blanc, D. R. Neuville

## ► To cite this version:

Xavier Bidault, Stéphane Chaussedent, Wilfried Blanc, D. R. Neuville. Anisotropie structurale induite par l'étirage à chaud d'une préforme en silice pure - Etude par dynamique moléculaire et par spectrométrie Raman. 34e Journées Nationales d'Optique Guidée, Oct 2014, Nice, France. hal-01081782

**HAL Id: hal-01081782**

**<https://hal.science/hal-01081782>**

Submitted on 11 Nov 2014

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# ANISOTROPIE STRUCTURELLE INDUITE PAR L'ÉTIRAGE A CHAUD D'UNE PREFORME EN SILICE PURE – ÉTUDE PAR DYNAMIQUE MOLECULAIRE ET PAR SPECTROMETRIE RAMAN

Xavier Bidault<sup>1</sup>, Stéphane Chaussedent<sup>1</sup>,  
Wilfried Blanc<sup>2</sup>, Bernard Dussardier<sup>2</sup>,  
Daniel R. Neuville<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Laboratoire de Photonique d'Angers (LPhA) – UPRES EA 4464,  
Université d'Angers, 2 Bd Lavoisier 49045 ANGERS Cedex 01, France

<sup>2</sup> Laboratoire de Physique de la Matière Condensée (LPMC) – UMR 7336, CNRS,  
Université de Nice-Sophia Antipolis, Parc Valrose 06100 NICE Cedex 2, France

<sup>3</sup> Institut de Physique du Globe de Paris, CNRS, 1 rue Jussieu, 75005 PARIS, France

[xavier.bidault@univ-angers.fr](mailto:xavier.bidault@univ-angers.fr)

## RÉSUMÉ

Cette étude révèle un nouvel aspect sur la structure de la silice à l'échelle nanométrique. L'orientation acquise par les petits anneaux  $\{\text{Si-O}\}_n$  pour  $n \leq 5$  suite à la déformation à chaud persiste à froid et induit une anisotropie structurale dont la forme « isotropie transverse » est vérifiée par spectrométrie Raman.

**MOTS-CLEFS :** *anisotropie ; étirage ; dynamique moléculaire ; Raman.*

## 1. INTRODUCTION

L'étirage à chaud d'une préforme (typiquement à 2000°C dans le cas d'un matériau à base de silice) est une étape commune à la plupart des procédés qui consiste à obtenir des fibres optiques. Il s'agit d'une étape importante dans le procédé de fabrication car les conditions d'étirage influencent les propriétés finales de la fibre optique (profil d'indice de réfraction, contraintes résiduelles...). Expérimentalement, les modifications apportées par cette étape se manifestent par une altération du profil de température fictive[1], traduisant une modification de la structure du verre à l'échelle nanométrique.

De nombreuses études, expérimentales ou par simulation, traitent des verres de silice pure à température ambiante et des effets d'une traction[2] ou d'un cisaillement[3]. Des contraintes résiduelles[4] ont ainsi été mises en évidence et s'expliquent par une reconstruction des liaisons inter-tétraèdres Si-O-Si dont la direction persiste à être alignée avec celle de la déformation imposée initialement.

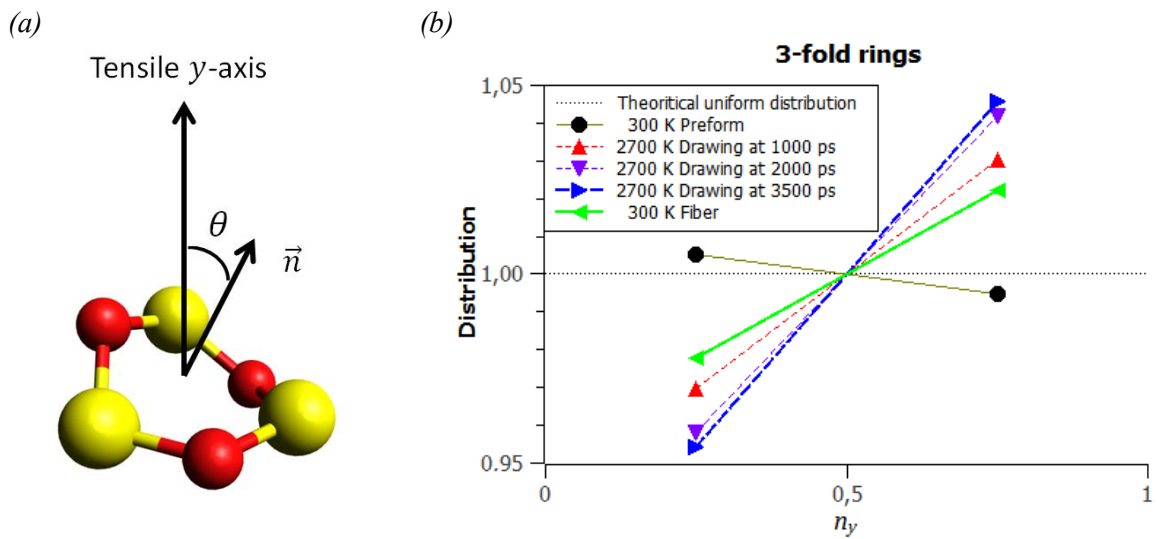
Pour compléter ces données acquises à température ambiante, nous proposons ici d'étudier l'étirage à chaud d'une préforme en silice pure et d'observer les effets de cette déformation sur sa structure à l'échelle nanométrique. Les résultats obtenus par dynamique moléculaire (DM) révèlent que les petits anneaux  $\{\text{Si-O}\}_n$  pour  $n \leq 5$  gardent une orientation persistante, conduisant à une anisotropie structurale dont le type est vérifiée par spectrométrie Raman.

## 2. ANISOTROPIE DUE A L'ORIENTATION PERSISTANTE DES PETITS ANNEAUX

La déformation à chaud d'un élément de volume situé au cœur d'une préforme en silice pure est modélisée par la technique de la dynamique moléculaire (DM). Chaque anneau  $\{\text{Si-O}\}_n$  pour  $n \leq 6$  est analysé en déterminant le vecteur unitaire  $\vec{n}$  perpendiculaire à sa surface moyenne, comme schématisé dans la Figure 1a. Ce vecteur est ensuite projeté sur l'axe de traction, ici l'axe  $y$ , pour

obtenir une valeur  $n_y \in [0, 1]$  caractérisant l'orientation de l'anneau par rapport à la direction de l'étirage. Par exemple,  $n_y = 1$  signifie que l'anneau est perpendiculaire à l'axe de traction. La distribution de  $n_y$  est uniforme pour un matériau isotrope.

L'évolution de l'orientation des anneaux à 3 Silicium pendant l'étirage à chaud est donnée dans la Figure 1b. La distribution initiale (points/segment noirs) est pratiquement uniforme : toutes les orientations sont équiprobables dans la préforme. Lors de l'étirage à chaud (triangles/segments rouges, puis violets, puis bleus), ces petits anneaux ont tendance à s'orienter perpendiculairement à l'axe de traction. Une fois toutes les contraintes levées et que la fibre est ramenée à la température ambiante, cette orientation privilégiée persiste (triangles/segment verts). Il en est de même (non montré ici) pour les anneaux à 4 et 5 Silicium, mais pas pour les anneaux à 6 Silicium qui récupère une distribution d'orientation uniforme dans la fibre. Cette orientation persistante des petits anneaux conduit à une anisotropie structurale de type « isotropie transverse ».

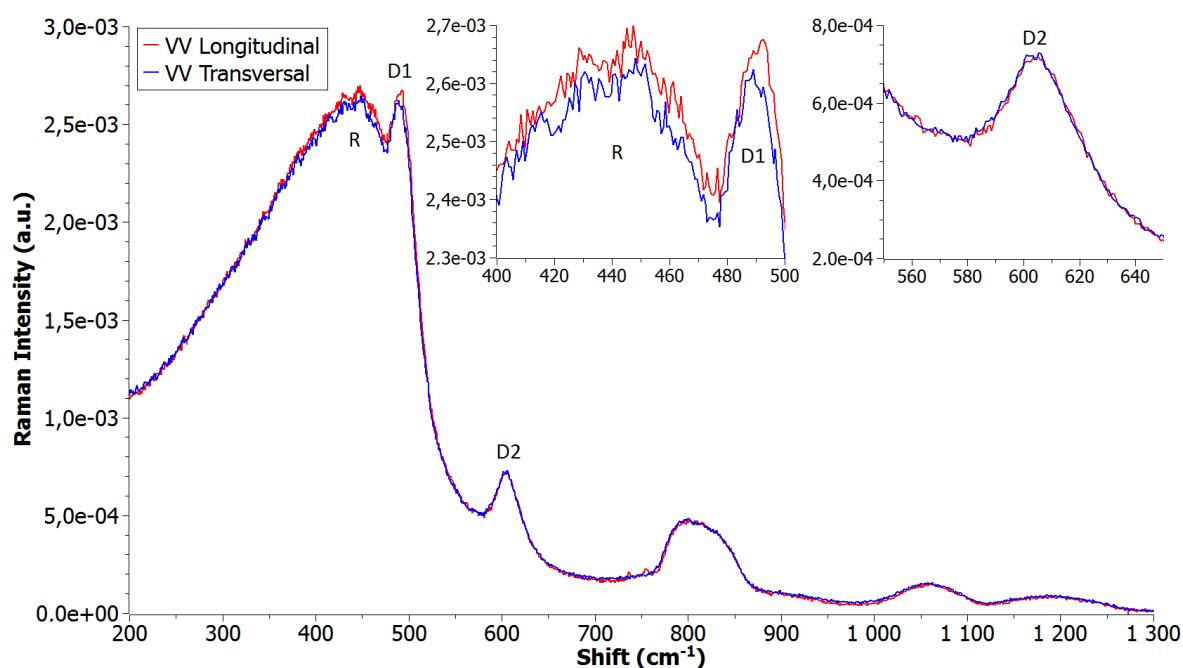


**FIG. 1.** (a) : vecteur unitaire  $\vec{n}$  perpendiculaire à la surface moyenne d'un anneau à 3 Silicium (jaune : Silicium; rouge : Oxygène); (b) la projection  $n_y$  de  $\vec{n}$  sur l'axe de traction est simplement discriminé comme étant inférieur ou supérieur à 0.5, c'est-à-dire avec une tendance pour la surface moyenne de l'anneau à être respectivement parallèle ou perpendiculaire à la direction de l'étirage. Plus le segment est incliné, plus l'anisotropie est marquée.

### 3. CARACTERISATION DE L'ANISOTROPIE PAR SPECTROMETRIE RAMAN

Les résultats obtenus par DM sont confrontés aux spectres Raman polarisés VV (Figure 2) réalisés sur une fibre de 1 mm de diamètre formée suite à l'étirage d'une préforme de 1 cm de diamètre provenant d'un barreau de Suprasil F300 refermé sur un banc MCVD. La même zone au bord du bord de la fibre est sondée longitudinalement puis transversalement. L'observation la plus facile concerne la bande D1, relative aux anneaux à 4 Silicium. Cette bande est décalée vers des fréquences plus petites en configuration transversale (courbe bleue) par rapport à la configuration longitudinale (courbe rouge). La même tendance peut être observée sur la bande D2, relative aux anneaux à 3 Silicium, où la courbe bleue est systématiquement décalée entre 580 et 620  $\text{cm}^{-1}$  vers des fréquences plus petites par rapport à la courbe rouge. La valeur moyenne de la bande R, relative aux anneaux de 5 et plus Silicium, est aussi plus à gauche en configuration transversale qu'en

configuration longitudinale. Une déconvolution classique des spectres chiffre ces décalages de 0.7 à 0.9  $\text{cm}^{-1}$ . Ces observations sont en accord avec l'anisotropie structurale créée par l'orientation persistante des anneaux à 3, 4 et 5 Silicium, comme mis en évidence à la fin de la simulation du processus d'étirage, et confirme la forme du type « isotropie transverse ».



**FIG. 2.** Spectres Raman polarisés VV, normalisés à l'aire, réalisés sur une fibre de 1 mm de diamètre, sondée longitudinalement (rouge), puis transversalement (bleu). Encarts : zooms sur les bandes R et D1 (gauche), et D2 (droite). Les spectres Raman ont été mesurés l'un après l'autre, dans les mêmes conditions.

## RÉFÉRENCES

- [1] M. Lancry, E. Régner, et B. Poumellec, « Fictive temperature in silica-based glasses and its application to optical fiber manufacturing », *Prog. Mater. Sci.*, vol. 57, n° 1, p. 63-94, janv. 2012.
- [2] A. Pedone, G. Malavasi, M. C. Menziani, U. Segre, et A. N. Cormack, « Molecular Dynamics Studies of Stress-Strain Behavior of Silica Glass under a Tensile Load », *Chem. Mater.*, vol. 20, n° 13, p. 4356-4366, juill. 2008.
- [3] C. L. Rountree, D. Vandembroucq, M. Talamali, E. Bouchaud, et S. Roux, « Plasticity-Induced Structural Anisotropy of Silica Glass », *Phys. Rev. Lett.*, vol. 102, n° 19, p. 195501, mai 2009.
- [4] T. Sato, N. Funamori, et T. Yagi, « Differential strain and residual anisotropy in silica glass », *J. Appl. Phys.*, vol. 114, n° 10, p. 103509, sept. 2013.
- [5] A. Alessi, S. Girard, M. Cannas, S. Agnello, A. Boukenter, et Y. Ouerdane, « Influence of Drawing Conditions on the Properties and Radiation Sensitivities of Pure-Silica-Core Optical Fibers », *J. Light. Technol.*, vol. 30, n° 11, p. 1726-1732, juin 2012.